Ciencia e Ingeniería
Revista Interdisciplinar de Estudios en Ciencias Básicas e Ingenierías.
Año 2015, Julio-Diciembre, Vol. (2) N° (2) ISSN 2389-9484.
Universidad de La Guajira, Facultades de Ciencias Básicas y Aplicadas e Ingeniería.
La Guajira-Colombia.
Revista en Línea http://revistas.uniguajira.edu.co/index.php/cei



EVALUACION DE LA PRECISIÓN Y EXACTITUD PARA LA DETERMINACIÓN GRAVIMETRICA DE SOLIDOS DISUELTOS TOTALES EN AGUAS

EVALUATION OF PRECISION AND ACCURACY FOR DETERMINING TOTAL DISSOLVED SOLIDS GRAVIMETRIC WATERS

Waldyr Fong Silva[1]; Fredy Colpas Castillo[2] y Carlos Alberto Severiche Sierra*[,1,3]

[1]Programa de Metrología Industrial, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad de Cartagena, Cartagena de Indias-Bolívar, Colombia
[2]Programa de Química, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad de Cartagena, Cartagena de Indias-Bolívar, Colombia
[3]Grupo de Investigación en Estudios Químicos y Biológicos, Facultad de Ciencias Básicas, Universidad Tecnológica de Bolívar, Cartagena de Indias-Bolívar, Colombia

cseveriches@gmail.com

Recibido: Abril 10 de 2015 Aceptado: Agosto 27 de 2015

RESUMEN

En este trabajo se hizo una evaluación analítica en términos de precisión y exactitud de la metodología para las determinaciones de sólidos disueltos totales en aguas por gravimetría. El objetivo fue confirmar la aplicación correcta del método para el análisis de aguas, pues constituye un factor clave para la prestación de servicios analíticos. Se trabajaron diferentes tipos de muestras de agua, siguiéndose estrictamente los protocolos de verificación. Se encontraron resultados satisfactorios en precisión y exactitud.

Palabras Clave: Precisión y exactitud analítica, método gravimétrico, sólidos disueltos totales en aguas.

ABSTRACT

In this study we evaluated in terms of precision and accuracy determinations methodology for totals in water dissolved solids by gravimetry. The aim was to confirm the correct application of the method for the analysis of water, as it is a key factor for the provision of analytical services. Were worked different types of water samples being followed strictly verification protocols. Results were found satisfactory precision and accuracy.

Keywords: Precision and accuracy analytical gravimetric method, total dissolved solids in water.

I. INTRODUCCIÓN

El agua, liquido universal que cubre las tres cuartas partes de la superficie de la Tierra (mares, ríos, lagos, etc.). Es indispensable para la vida, por las reacciones químicas en las que participa, de las cuales la más importante, es la hidrólisis de los hidratos de carbono, grasas y proteínas; paso esencial en la digestión y asimilación de alimentos. El agua, debe ser inodora, y poseer un sabor agradable, que le confieren las sales y otras sustancias, así como los gases disueltos en ella (Borbolla *et all.*, 2003).

El agua contaminada probablemente pueda causar efectos a la salud inmediatos como la náuseas, irritación pulmonar, salpullido superficial, vomito, vértigo, o muerte. Sin embargo, los contaminantes probablemente son la causa de enfermedades crónicas, debido a efectos que ocurren mucho tiempo después de la exposición repetida a pequeñas cantidades de un producto químico. Los ejemplos de efectos tóxicos crónicos, sobre la salud incluyen el cáncer, daño en hígado y riñón, enfermedades del sistema nervioso, alteraciones del sistema inmunológico, y lesiones al genoma humano y producto de la reproducción (Borbolla *et all.*, 2003; Milán *et all*., 2011).

El creciente deterioro de los cuerpos de agua dulce, ha conducido al desarrollo de normas de calidad de aguas superficiales para la protección de las comunidades acuáticas. Estas se basan en la determinación de concentraciones máximas permisibles de agentes químicos individualmente. Sin embargo, estas normas, no permiten determinar el efecto que estos contaminantes pueden tener sobre los organismos acuáticos (Córdova y col 2003).

El término sólidos hace alusión a materia suspendida o disuelta en un medio acuoso. La determinación de sólidos disueltos totales mide específicamente el total de residuos sólidos filtrables (sales y residuos orgánicos) a través de una membrana con poros de 2.0 µm (o más pequeños). Los sólidos disueltos pueden afectar adversamente la calidad de un cuerpo de agua o un efluente de varias formas. Aguas para el consumo humano, con un alto contenido de sólidos disueltos, son por lo general de mal agrado para el paladar y pueden inducir una reacción fisiológica adversa en el consumidor (Pérez & Rodríguez, 2008).

Por esta razón, se ha establecido un límite de 500 mg/L de sólidos disueltos para el agua potable en los Estados Unidos. Los análisis de sólidos disueltos son también importantes como indicadores de la efectividad de procesos de tratamiento biológico y físico de aguas usadas; en Colombia es valor máximo admisible en agua potable para sólidos disueltos no se establece; el promedio de sólidos disueltos totales para los ríos de todo el mundo ha sido estimado en alrededor de 120 ppm (Suárez y col 2012; Caldera y col 2010).

Los sólidos disueltos totales, son las sustancias que permanecen después de filtrar y evaporar a sequedad una muestra bajo condiciones específicas. En los sólidos disueltos totales (SDT), se determina el incremento de peso que experimenta una cápsula tarada, tras la evaporación en ella de una alícuota de la muestra previamente filtrada y que posteriormente es secada a peso constante a 180°C, temperatura a la cual el agua de cristalización está prácticamente ausente. El contenido de sólidos disueltos puede estimarse por diferencia entre los sólidos totales y los sólidos suspendidos totales (APHA, 2012).

Dentro de las interferencias se encuentra la temperatura a la cual el residuo se seca, tiene un efecto importante sobre los resultados, ya que pueden ocurrir pérdidas en el peso de la materia orgánica presente durante la etapa de secado y/o desprendimiento de gases por descomposición química y/o por la oxidación del residuo, así como por la oclusión del agua. El tipo de filtro, el tamaño del poro, el grosor del filtro, el tamaño de la partícula y la cantidad de material depositado en el filtro, son los principales factores que afectan la separación de los sólidos suspendidos y los disueltos. Las aguas excesivamente mineralizadas con un contenido considerable de calcio, magnesio, cloruros y/o sulfatos, pueden ser higroscópicas y exigir un secado prolongado, un grado de desecación adecuado y un pesado rápido. Puesto que un residuo excesivo en la cápsula puede formar una costra hidrófila, debe limitarse el tamaño de la muestra para tratar de obtener un residuo no mayor de 200 mg (APHA, 2012).

En el presente trabajo se llevó a cabo la evaluación de la precisión y exactitud del método gravimétrico, para la determinación de sólidos disueltos totales en aguas en busca de la adaptación de un método estandarizado a las condiciones de nuestro laboratorio, haciendo la verificación analítica del método.

II. METODOLOGIA

El método original trabajado es el 2540 C. APHA-AWWA-WEF (2012), contenido en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22th Edition (APHA, 2012). Este método es apropiado es aplicable a todo tipo de aguas. Para la marcha analítica se utilizan, matraz aforado, cápsulas de evaporación, mufla, equipo de filtración, balanza analítica, muestra de control interno, que sirve para determinar sólidos totales, suspendidos y disueltos. Las muestras deben recolectarse en frascos plásticos o de vidrio y refrigerarse inmediatamente. Realizar el análisis lo antes posible, y en caso de requerirse almacenamiento, hacerlo a temperatura ≤ 6°C por un tiempo máximo de 7 días. Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

Se muestra en detalle el procedimiento seguido para las determinaciones.

A. Preparación del filtro y la cápsula de porcelana:

Encender la mufla a 180 ± 2°C, Colocar el filtro (con la cara rugosa hacia arriba), en el equipo de filtración, Aplicar vacío y lavar con 3 porciones sucesivas de 20 mL de agua desionizada, Continuar la succión hasta remoción total de las trazas de agua. Desechar el filtrado, Retirar el filtro, depositarlo en la cápsula de evaporación que se va a tarar y llevarlos a la mufla por 1 hora a 180 ± 2°C, Después de la hora, sacar la cápsula con el filtro y colocarla en el desecador, Con las pinzas, retirar el filtro y colocarlo sobre papel aluminio en el mismo desecador donde se dejará en reposo junto con la cápsula hasta el momento de usarlos, Pesar la cápsula inmediatamente antes de usar y registrar el dato (Peso A).

B. Análisis de la muestra:

Esperar a que la muestra se encuentre a temperatura ambiente, Ensamblar el equipo de filtración utilizando un filtro previamente acondicionado, En función del aspecto de la muestra, seleccionar el volumen a filtrar, Mezclar bien la muestra y filtrarla, Lavar con tres alícuotas de 10 mL de agua desionizada, Continuar la succión durante 3 minutos adicionales.

Transferir el filtrado, con los lavados incluidos, a la cápsula de evaporación previamente tarada, Llevar casi hasta sequedad en placa calefactora evitando la ebullición, Introducir la cápsula en la mufla previamente acondicionada a 180 ± 2°C y dejarla durante una hora. Enfriar en desecador; pesar sin dilación la cápsula y registrar el dato (Peso B).

Para las aguas cruda y potable habitualmente analizadas como parte del proceso de potabilización, 100 mL de muestra son suficientes para producir una masa de residuo adecuada. Para aguas residuales, generalmente es suficiente filtrar volúmenes menores. Los resultados para residuos ricos en aceite y grasa pueden ser cuestionables debido a la dificultad que supone el secado a peso constante en un tiempo razonable. Los análisis realizados con algún propósito especial, pueden exigir una desviación de los procedimientos establecidos para incluir un componente no habitual en los sólidos medidos. Estas desviaciones o modificaciones deben registrarse y presentarse con los resultados.

La ecuación (1) es la formula general para calcular los Sólidos Disueltos Totales:

$$\text{mg sólidos disueltos totales/L} = [(B - A) \times 1000] / \text{volumen muestra (mL)} \qquad \text{Ecuación 1.}$$

Donde: A: peso de la cápsula de evaporación vacía (en mg), B: peso de la cápsula de evaporación + residuo seco (en mg); se empleará el promedio de los dos valores que cumplan el requisito de peso constante antes enunciado.

Para facilitar los cálculos, los resultados se consignan en el archivo de Excel del mes en curso, donde se registran también los datos de calidad (coeficiente de variación de réplicas y error de la muestra de control interno).Los resultados se reportan redondeados a la unidad. Para aquellas muestras que excepcionalmente presenten resultados inferiores a 25 mg/L, informe “< 25 mg/L”.

Para el control de calidad del método, se realizará con base a los criterios de precisión y exactitud. Precisión: realizar una muestra por duplicado por cada lote de diez o menos muestras. Se considerará satisfactoria siempre que no exceda 10 % expresada como coeficiente de variación. Exactitud: analizar la muestra de control interno. se considerará satisfactoria siempre que el error no exceda 10 %.

III. RESULTADOS Y DISCUSION

De acuerdo con los protocolos de verificación se evaluaron los siguientes parámetros: precisión y exactitud (Cortés y García, 2009; Cortés, 2010.).

A continuación se exponen e interpretan los resultados obtenidos en los ensayos de verificación del método, que se han realizado desde 2006 siguiendo el procedimiento de análisis referenciado.

Los resultados descritos se obtuvieron con muestras de agua superficial, pozo, potable procedencia desconocida así como con muestras certificadas y las empleadas en las pruebas de Mollabs y del Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales (IDEAM).

3.1 Exactitud

Pruebas de evaluación de desempeño del IDEAM: resultados satisfactorios en pruebas de evaluación de desempeño del IDEAM: 100 puntos en 2004 y 2005, 2007 (90 puntos), 2008 (80 puntos) y 2010 y 2011 (100 puntos); la excepción fue en 2009 (50 puntos). Mollabs: desempeño satisfactorio en un ejercicio en 2009 (Zscore 1.55). Muestras de control interno: 46 muestras (2010-2012) con error (en %) promedio de -0.9 e intervalo entre -7.7 y + 10. El método se encuentra bajo control, lo que se demuestra en los resultados satisfactorios a anteriores.

3.2 Precisión

En la Tabla 1, se muestra como fue evaluada la precisión en forma de repetibilidad (Velázquez y col. 2011; Ríos & Bosque, 2001), con muestras de diferente tipo de procedencia y control.

Tabla 1. Repetibilidad

Tipo de muestra (intervalo de concentraciones en mg/L)	CV% promedio (intervalo)	muestras
agua potable (127)	0.8	1
agua superficial (131-850)	5.8 (3.5-7.8)	3
agua residual (59-2480)	3.8 (0.4-8.3)	16
agua industrial (608-17240)	3.7 (1.4-5.2)	4
control interno (67-79)	2.6 (0.6-6.2)	11

Con base a los contenidos de sólidos disueltos y la tabla de Horwitz, puede considerarse satisfactoria la repetibilidad (Ríos & Bosque, 2001).

Una forma adicional de evaluar la precisión fue mediante la reproducibilidad interna, como se ilustra en la Tabla 2, con muestras de control interno en diferentes combinaciones, y se considera también satisfactoria.

Tabla 2. Reproducibilidad Interna

CV%	muestras	notas
5.0	1	diferentes analistas en días diferentes
2.9 (0.2-7.9)	6	igual analista en días diferentes

Para la concentración mínima a reportar y Dado que; la legislación no establece para aguas un límite máximo permisible para sólidos disueltos totales. Los contenidos de aguas naturales con poca mineralización, están por encima de 35-40 mg/L. La concentración mínima a reportar, se establece en 25 mg/L

IV. CONCLUSION

La confirmación mediante la aportación de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos especificados e indicar el proceso que lleva a cabo el laboratorio con el fin

de demostrar su capacidad para ejecutar correctamente un método normalizado cuando lo realiza exactamente como está descrito en la norma es la razón de ser de este trabajo . De forma detallada, las conclusiones que se extraen del presente estudio, se pueden puntualizar de la siguiente manera, El método estandarizado se fundamenta en aprovechar las potencialidades de la gravimetría. Esta proporciona una técnica fiable y rápida.

El procedimiento estudiado presenta adecuadas características de desempeño, por lo que puede definirse como un método preciso (coeficientes de variación <10%), veraz (no presenta sesgo significativo), con un adecuado intervalo de concentración y un límite de detección relativamente bajo (25 mg/L). Estas características permiten que el mismo se ajuste al propósito para el cual fue diseñado, que consiste en la determinación de sólidos disueltos totales en muestras de aguas de diferente procedencia. De acuerdo con los resultados obtenidos el método se ajusta al uso propuesto y es adecuado para ser aplicado en las condiciones particulares del laboratorio de calidad de aguas, de la empresa aguas de Cartagena SA ESP, además se vuelve un método de referencia para otros laboratorios que deseen aplicarlo en Colombia, ya que pueden reportar resultados correctos y confiables, además de ser una guía a nivel internacional.

V. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

APHA-AWWA-WEF (2012) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22th Edition. 5-42 y 5-44, métodos 5520 D & F.

Borbolla, M.; De la Cruz, J.; Piña, O.; De la Fuente, J.; Gutiérrez, S.; & Garrido, G. 2003. Calidad del Agua en Tabasco. Revista Salud en Tabasco, Vol. 9, Núm. 13, pp 170-177

Caldera, Y.; Gutierrez, E.; Luengo, M.; Chavez, J.; & Ruesga L. 2010. Evaluación del sistema de tratamiento de aguas Residuales de industria avícola. Revista Científica. Vol. 20, Num. 4, pp. 409 – 416.

Córdova, S.; Gaete, H.; Aránguiz, F.; & Ricardo Figueroa. 2009. Evaluación de la calidad de las aguas del estero Limache (Chile central), mediante bioindicadores y bioensayos. Lat. Am. J. Aquat. Res., Vol. 37, Núm. 2, pp. 199-209.

Cortés, C. y García, R. 2009. Validación con base en los criterios de aplicación de la Norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 en mediciones químicas y físicas. Entidad Mexicana de Acreditación. México, DF.

Cortés, C. 2010. Validación de métodos. Docto. No. MP-CA005-02 Entidad Mexicana de Acreditación (EMA). México.

Milán, W.; Caicedo, O.; & Aguirre, N. 2011. Quebrada La Popala: un análisis de calidad del agua desde algunas variables fisicoquímicas, microbiológicas y los macro invertebrados acuáticos. Revista Gestión y Ambiente, Vol. 14, Núm. 1, pp. 85-94.

Pérez, A.; & Rodríguez, A. 2008. Índice fisicoquímico de la calidad de agua para el manejo de lagunas tropicales de inundación. Rev. Biol. Trop.,Vol. 56, Num. 4, pp. 1905-1918.

Suárez, A.; García, C.; & Vaca, M. 2012. Identificación y evaluación de la contaminación del agua por curtiembres en el municipio de Villapinzón. Revista Tecnura, Vol. 16, pp. 185-193.

Ríos, F.; Maroto, A.; & Bosque, R. 2001. La Validación de Métodos Analíticos. Rev. Tec. Lab. (Cuba). Vol. 22, Núm. 252, pp.12-17

Velázquez, M.; Pimentel, J.; & Ortega, M. 2011. Estudio de la distribución de boro en fuentes de agua de la cuenca del río Duero, México, utilizando análisis estadístico multivariado. Revista Internacional de Contaminación Ambiental, Vol. 27, Núm. 1, pp. 9-30.

.